

日 本 国 特 許 庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

JC929 U.S. PTO
09/865571
05/29/01

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて
いる事項と同一であることを証明する。
This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed
with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application:

2000年 9月 8日

出 願 番 号
Application Number:

特願2000-272880

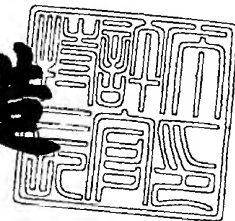
出 願 人
Applicant(s):

信越化学工業株式会社

2001年 3月 9日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3015978

【書類名】 特許願
【整理番号】 B119142P
【提出日】 平成12年 9月 8日
【あて先】 特許庁長官 殿
【国際特許分類】 C01B 33/113

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内

【氏名】 牧川 新二

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内

【氏名】 青井 浩

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内

【氏名】 城田 政明

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内

【氏名】 江島 正毅

【特許出願人】

【識別番号】 000002060

【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社

【代表者】 金川 千尋

【代理人】

【識別番号】 100088306

【弁理士】

【氏名又は名称】 小宮 良雄

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 014719

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9100514

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 光導波路基板の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 シリコン基板の表面のシリコンを酸化するガスの雰囲気下に該シリコン基板を曝しつつ加熱して、光導波路となる石英膜を該表面に形成させることにより光導波路基板を製造する方法であって、該シリコン基板の酸素濃度が、最大でも 24 p p m a であることを特徴とする光導波路基板の製造方法。

【請求項 2】 前記シリコン基板は、浮遊帯溶融法で得られたシリコン単結晶を、切断して得たものであることを特徴とする請求項 1 に記載の光導波路基板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は、シリコン基板の表面を比較的厚く酸化し、表面に光導波路となる石英膜を形成して、欠陥やパーティクルの少ない高品質な光導波路基板を製造する方法に関するものである。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

光通信用の導波路デバイスは、光導波路と半導体集積回路とが形成されている。

光導波路は石英基板上に形成される。石英基板はシリコン基板の表面に石英膜すなわち二酸化シリコンを形成したものである。この膜は、光導波路のアンダクラッドとして光学的に機能するものであるから厚みが 5 ～ 30 μ m 程度と厚くする必要がある。一方、半導体集積回路はシリコン基板に形成される。半導体集積回路に必要とされる酸化膜は、膜厚が 0. 2 ～ 3 μ m 程度と、光導波路用の石英膜に比べ非常に薄い。

【 0 0 0 3 】

このような光導波路の石英膜や半導体集積回路の酸化膜を形成する方法のひとつとして、基板を構成するシリコンが酸素に対し高い親和力を有しているため容

易に酸化されることを利用して、基板表面のシリコンを酸化し石英膜とする方法がある。この石英膜は、シリコン基板を加熱しながら、酸素ガス雰囲気に曝して表面シリコンを酸化したり、高温な水蒸気雰囲気に曝し水蒸気が熱分解した反応性の高い酸素で表面シリコンを酸化したりする方法により形成される。

【0004】

半導体集積回路に必要な $0.2 \sim 3 \mu\text{m}$ の厚さの石英膜は、例えば、 $10 \sim 1000$ 分間という比較的短時間、 1000°C で水蒸気雰囲気に曝すことで形成される。石英膜が短時間で形成されるためその表面に欠損等は認められない。それに対し、光導波路に汎用される $10 \sim 25 \mu\text{m}$ の石英膜を形成する際には、 $20000 \sim 125000$ 分の長時間、 1200°C で水蒸気雰囲気に曝す必要がある。長時間かけて酸化した石英膜の表面に高輝度ハロゲンランプで 10万Lx の光を照射しつつ表面を観察すると、パーティクルまたは凹状ピットが、円輪状の濃淡で認められることがあった。鋭意研究の結果、発明者はこれが、酸化誘起積層欠陥(Oxidation induced stacking Fault: O S F)と呼ばれる欠陥が長時間かけて酸化する途中で異常に成長し隆起または陥没してできたものであることを見出した。このO S Fは、シリコン基板を切り出すための単結晶育成時に、潜在核となる微細な欠陥が生成し、この核にシリコン基板中で固溶している酸素が析出することにより生成される。濃淡が観察されるのは、単結晶育成時の温度勾配等の条件により潜在核の量が変動するためである。この欠陥は、石英膜形成時に成長して、 $0.5 \mu\text{m}$ の異物パーティクルまたは凹状ピットとして観察されるほど大きくなることもある。

【0005】

この欠陥があると光散乱点となったり光損失を誘発する結果、光導波路基板の性能が低下するうえ、歩留まりが悪くなってしまう。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は前記の課題を解決するためなされたもので、シリコン基板の表面を比較的厚く酸化して、表面に光導波路となる石英膜を形成させる際、酸化誘起積層欠陥を起因とするパーティクルまたは凹状ピットが石英膜上に少ない高品質な光

導波路基板を製造する方法を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】

前記の目的を達成するためになされた本発明の光導波路基板の製造方法は、実施例に対応する図1を参照して説明すると、シリコン基板15の表面のシリコンを酸化するガスの雰囲気下にシリコン基板15を曝しつつ加熱して、光導波路となる石英膜を表面に形成させることによる光導波路基板の製造方法であって、シリコン基板15の酸素濃度が、最大でも24ppmaであることを特徴としている。

【0008】

酸素濃度は、シリコン基板の全原子のモル量に対する、シリコン基板中に含有されている酸素原子のモル量で表したもので、ASTM' 79に準拠して赤外吸収スペクトル法で測定したものである。この酸素濃度は、最大でも24ppmaであることが好ましく、16ppma以下であると一層好ましい。

【0009】

また、シリコン基板15は、浮遊帯溶融法 (Floating Zone Method: FZ法) で得た単結晶を切断して得たものが好ましい。

【0010】

シリコン単結晶を成長させる方法としては、主としてFZ法とチョクラルスキー法 (Czochralski Method: CZ法) が挙げられるが、FZ法はCZ法に比べて不純物による汚染の少ない高純度のシリコン単結晶を成長できるという特徴がある。また、FZ法は簡便に低酸素濃度品を得ることができる。

【0011】

FZ法によりシリコン単結晶を成長させる場合、まずトリクロロシランを原料としてシリコン芯棒上に平均粒径が $10\mu\text{m} \sim 1000\mu\text{m}$ の多結晶を気相成長させてシリコン原料棒を製造し、その一端を円錐状に加工する。そしてこの円錐部の先端を溶融して種結晶と融着し、種絞りにより無転位化しながらシリコン原料棒と種結晶とを一体化する。

【0012】

次に、輪環状の誘導加熱コイルを用いて種結晶の融着部から出発してシリコン原料棒を部分的に加熱融解し、シリコン原料棒（多結晶）および単結晶を同軸または偏芯軸のまわりに回転させながら誘導加熱コイルに対して相対的に移動させ、部分的に生じた溶融帯を円錐部からシリコン原料棒の他端まで除々に移動させながらシリコン原料棒を再結晶化することによってシリコン単結晶を得る。

【0013】

シリコン基板15は、チョクラルスキー法（Czochralski Method：CZ法）で得た後、すなわち石英ルツボ内で溶融したシリコンに接触させたシリコン単結晶の種を引き上げつつシリコン単結晶を成長させた後、切断して得たものであっても、その酸素濃度が24ppm以下なら使用してもよい。しかし、CZ法では石英ルツボより酸素が溶融シリコン中に融出するため、低酸素濃度のものは製造し難く、またその他の不純物の混入したものが得られ易い。

【0014】

このシリコン基板15を炉心管18に挿入後、シリコン基板15表面のシリコンを酸化することのできるガスを炉心管18に導入し、炉心管18内を加熱炉17で1000～1350℃に長時間加熱して、表面シリコンを酸化させることで好適に実施することができる。

【0015】

このようなガスとして水蒸気や酸素ガスが挙げられる。この酸化は、例えばドライ酸素酸化法、ウェット酸化法、スチーム酸化法、水素燃焼酸化法、塩酸酸化法の方法で行うことができる。ウェット酸化法、スチーム酸化法、水素燃焼酸化法は、耐熱性の高い炭化ケイ素製の炉心管内で炭化ケイ素製の試料台に載置されているシリコン基板を高温に加熱しつつ水蒸気と接触させ、水蒸気が熱分解した反応性の高い酸素により、シリコン表面を酸化して石英膜を形成するもので、酸化速度が速い。

【0016】

この光導波路基板の製造方法によれば、シリコン基板の表面を比較的厚く酸化して、シリコン基板表面に形成される光導波路となる石英膜上に、欠陥やパーティクルの少ない高品質な光導波路基板を簡便に歩留まりよく製造することができ

る。

【 0 0 1 7 】

【 発 明 の 実 施 の 形 態 】

以下、本発明の好ましい実施の形態を、図面を参照して説明する。

図 1 は、本発明を適用する光導波路基板の製造方法に用いられる製造装置の概要図である。この製造装置 1 は、光導波路となる石英膜を形成させるシリコン基板 1 5 の表面シリコンを酸化するためのものである。

【 0 0 1 8 】

製造装置 1 は、炭化ケイ素製の炉心管 1 8 の外周に、加熱炉 1 7 と耐熱容器 1 3 とが配置されている。

【 0 0 1 9 】

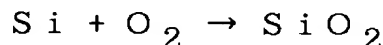
シリコン基板 1 5 は、FZ 法により作製された棒状単結晶シリコンを、所定の大きさと厚さに切断すると得られる。

【 0 0 2 0 】

炭化ケイ素製の試料台 1 6 に設けられた切り込み溝に、シリコン基板 1 5 を挿す。試料台 1 6 を炉心管 1 8 に挿入する。炉心管 1 8 の一端を、排気管 2 0 の取り付けられた蓋 1 9 で被う。炉心管 1 8 の略封鎖されている他の一端を、シリコン基板表面シリコンの酸化性のガスの導入管 1 1 に接続する。

【 0 0 2 1 】

ガス導入管 1 1 の経路途中に配置された、ガスの導入を制御する開閉弁 1 2 を開き、ガスを導入する。熱伝対からなる温度センサ 1 4 で検知される炉心管 1 8 の内温が、1 2 0 0 ～ 1 3 5 0 ℃ となるまで、加熱炉 1 7 により炉心管 1 8 をゆっくり加熱する。この温度を維持しながら酸化性のガスの導入を継続する。シリコン基板 1 5 の表面シリコンは、酸化性のガス、例えば水蒸気が熱分解して生じた活性な酸素により、下記化学式



のように酸化され、石英膜を形成する。酸化が終了したら、酸化性のガスの導入を停止する。炉心管 1 8 をゆっくり冷却する。試料台 1 6 を引き出し、シリコン基板の両表面に石英膜が形成された光導波路基板を得る。

【 0 0 2 2 】

以下に、本発明を適用する製造方法により光導波路基板を試作した例を実施例 1 および 2 に記載する。また本発明を適用外の製造方法により光導波路基板を試作した例を比較例に記載する。

【 0 0 2 3 】

(実施例 1)

FZ 法で、育成した単結晶シリコンを、ワイヤーソーにより切断後、面取りおよび表面研磨をすることにより、直径 4 インチで厚さ 0.6 mm のシリコン製の円板状のシリコン基板 15 を作製した。このシリコン基板の酸素濃度を、ASTM' 79 に準拠した赤外吸収スペクトル法で測定したところ、16 ppm a であった。

【 0 0 2 4 】

3 枚のシリコン基板 15 を炭化ケイ素製の試料台 16 上の溝に挿して等間隔に並べる。加熱炉 17 であるカンタルヒータ管状炉 Kanthal APM 240 ϕ (カンタル社製の商品名) が外周に配置されている炭化ケイ素製の炉心管 18 に、炭化ケイ素製の試料台 16 を挿入し、排気管 20 を有する蓋 19 で被った。純水を沸騰させることにより水蒸気が発生する石英容器 (不図示) に繋がっているガス導入管 11 の経路途中に配置された開閉弁 12 を開き、1 L/分の流量の水蒸気を炉心管 18 へ導入した。急激な温度変化で炉心管 18 が破損しないように 3℃/分の緩やかな昇温速度で、炉心管 18 内温が 1250℃になるまで加熱した。水蒸気の導入を継続しながら、この温度で 5000 分間維持し、シリコン基板 15 の表面シリコンを酸化した。

【 0 0 2 5 】

5000 分間経過後、水蒸気の導入を停止し、炉心管 18 を 3℃/分の降温速度で冷却した。充分冷却されたところで試料台 16 を引き出すと、シリコン基板 15 の両表面に、所望する厚さ 5.1 μ m の石英膜が形成された光導波路基板を得た。

【 0 0 2 6 】

この表面を、異物検査装置 (日立電子エンジニアリング(株)社製) により測定

したところ、 $0.3\mu\text{m}$ 以上の異物パーティクルまたは凹状ピットは、1枚当たり平均30個と非常に少なかった。暗室で、この表面に高輝度ハロゲンランプで10万Lxの光を照射しつつ表面を観察したところ、円輪状の濃淡は認められなかった。

【0027】

(実施例2)

原材料であるナゲット状の多結晶シリコンをるつぽに入れて加熱溶融した液に、シリコンの単結晶の種を浸し、この種を回転しながらゆっくり引き上げて単結晶を成長させるCZ法により、円板状のシリコン基板を作製した。このシリコン基板の酸素濃度を測定し、 24ppma 以下のものを峻別した。峻別したシリコン基板を用いたこと以外は実施例1と同様にして、光導波路基板を得た。実施例1と同様にして、光導波路基板表面の異物パーティクルまたは凹状ピットの数測定した結果と、円輪状の濃淡の有無について観察した結果とを表1に示す。

【0028】

(比較例)

実施例2で作製したシリコン基板のうち、酸素濃度が 48ppma のものを選り分けた。選り分けたシリコン基板用いたこと以外は実施例1と同様にして、光導波路基板を得た。実施例1と同様にして、光導波路基板表面の異物パーティクルまたは凹状ピットの数測定した結果と、円輪状の濃淡の有無について観察した結果とを表1に示す。

【0029】

【表 1】

表 1

	酸素濃度 (p p m a)	シリコン基板の 作製方法	異物パ-ティクル または凹状ピット の平均数 (個/枚)	円輪状の濃淡 の有無
実施例 1	1 6	F Z 法	3 0	濃淡なし
実施例 2	2 4	C Z 法	5 5	極微かに濃淡あり
比較例	4 8	C Z 法	1 9 4	濃い濃淡あり

【0 0 3 0】

表 1 から明らかなように、シリコン基板の酸素濃度が 2 4 p p m a 以下であると、得られた光導波路基板の表面の異物パ-ティクルまたは凹状ピットの数少なく、また円輪状の濃淡はないか、あっても極微かである。シリコン基板の酸素濃度が 2 4 p p m a を超えると、得られた光導波路基板の表面の異物パ-ティクルまたは凹状ピットの数が増加し、また円輪状の濃い濃淡が認められるようになる。

【0 0 3 1】

【発明の効果】

以上、詳細に説明したように本発明の光導波路基板の製造方法によれば、シリコン基板の表面を比較的厚く酸化でき、表面に欠陥やパ-ティクルや凹状ピットの少ない高品質な光導波路基板を得ることができる。この光導波路基板を用いて性能の優れた光導波路デバイスを形成することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明を適用する光導波路基板の製造方法に用いられる製造装置の概要図である。

【符号の説明】

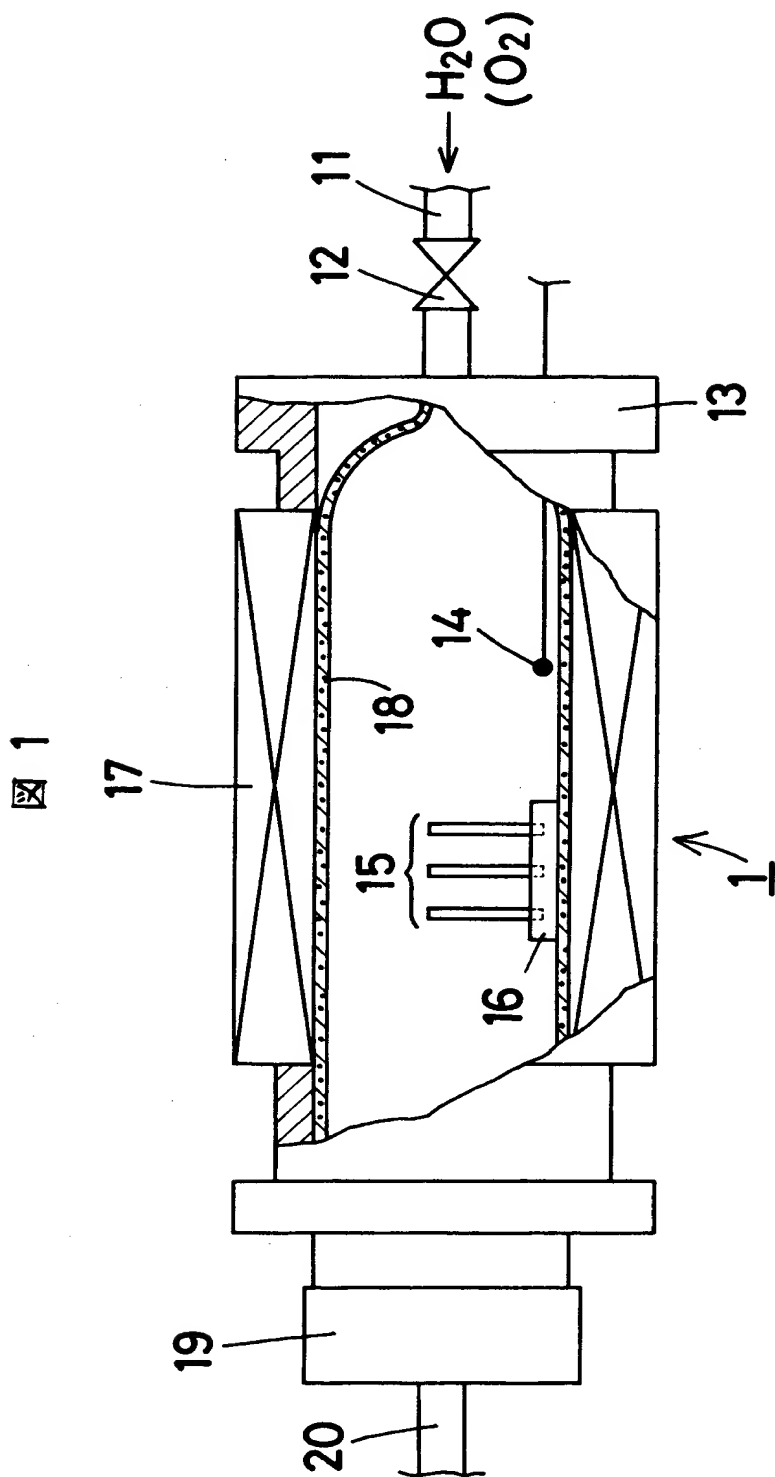
1 は光導波路基板の製造装置、1 1 はガス導入管、1 2 は開閉弁、1 3 は耐圧

容器、14は温度センサ、15はシリコン基板、16は試料台、17は加熱炉、
18は炉心管、19は蓋、20は排気管である。

【書類名】

図面

【図 1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

シリコン基板の表面を比較的厚く酸化して、表面に光導波路となる石英膜を形成させる際、酸化誘起積層欠陥を起因とするパーティクルまたは凹状ピットが石英膜上に少ない高品質な光導波路基板を製造する方法を提供する。

【解決手段】

光導波路基板の製造方法は、シリコン基板 1 5 の表面のシリコンを酸化するガスの雰囲気下にシリコン基板 1 5 を曝しつつ加熱して、光導波路となる石英膜を表面に形成させることによる光導波路基板の製造方法であって、シリコン基板 1 5 の酸素濃度が、最大でも 2 4 p p m a であることを特徴としている。

【選択図】 図 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002060]

1. 変更年月日 1990年 8月22日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都千代田区大手町二丁目6番1号

氏 名 信越化学工業株式会社